OIPE JC139
APR 1 8 2005
PATENT & TRADEMARK OFFICE

Docket No. 243758US0X

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

IN RE APPLICATION OF: Hiroshi KISHI, et al.

GAU: 1765

SERIAL NO: 10/682,112

EXAMINER: KUNEMUND, ROBERT M

FILED: October 10, 2003

FOR: EVALUATION PROCESS OF REACTIVITY OF SILICA GLASS WITH SILICON MELT AND VIBRATION AT ITS SURFACE, AND SILICA GLASS CRUCIBLE NOT CAUSING THE SURFACE VIBRATION

SUBMISSION NOTICE REGARDING PRIORITY DOCUMENT(S)

COMMISSIONER FOR PATENTS
ALEXANDRIA, VIRGINIA 22313

SIR:

Certified copies of the Convention Application(s) corresponding to the above-captioned matter:

- ■ are submitted herewith
- ☐ were filed in prior application filed
- ☐ were submitted to the International Bureau in PCT Application Number _____
  Receipt of the certified copies by the International Bureau in a timely manner under PCT Rule 17.1(a) has been acknowledged as evidenced by the attached PCT/IB/304.

Respectfully Submitted,

OBLON, SPIVAK, McCLELLAND,
MAIER & NEUSTADT, P.C.
Norman F. Oblon

Joseph Scafetta Jr.

Roland E. Martin
Registration No. 48,082
Joseph Scafetta, Jr.
Registration No. 26,803

Customer Number
22850
Tel. (703) 413-3000
Fax. (703) 413-2220
(OSMMN 11/04)

日本国特許庁
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日 Date of Application:	２００２年１０月２２日
出願番号 Application Number:	特願２００２－３０７２１４
パリ条約による外国への出願に用いる優先権の主張の基礎となる出願の国コードと出願番号 The country code and number of your priority application, to be used for filing abroad under the Paris Convention, is	ＪＰ２００２－３０７２１４
願人 Applicant(s):	ジャパンスーパークォーツ株式会社 三菱住友シリコン株式会社

CERTIFIED COPY OF PRIORITY DOCUMENT

２００５年　４月　６日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

小川洋

【書類名】　特許願
【整理番号】　JSQ0101
【提出日】　平成14年10月22日
【あて先】　特許庁長官　殿
【国際特許分類】　C03B 29/06
【発明者】
　【住所又は居所】　秋田県秋田市茨島５丁目１４番３号　ジャパンスーパークォーツ株式会社開発センター内
　【氏名】　岸　弘史
【発明者】
　【住所又は居所】　秋田県秋田市茨島５丁目１４番３号　ジャパンスーパークォーツ株式会社開発センター内
　【氏名】　神田　稔
【発明者】
　【住所又は居所】　秋田県秋田市茨島５丁目１４番３号　ジャパンスーパークォーツ株式会社開発センター内
　【氏名】　福井　正徳
【特許出願人】
　【識別番号】　502068274
　【住所又は居所】　東京都千代田区丸の内一丁目５番１号
　【氏名又は名称】　ジャパンスーパークォーツ株式会社
【代理人】
　【識別番号】　100088719
　【弁理士】
　【氏名又は名称】　千葉　博史
　【連絡先】　０３－５６１４－８０６１
【手数料の表示】
　【予納台帳番号】　070265
　【納付金額】　21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】　明細書　1

【物件名】　図面　1

【物件名】　要約書　1

【包括委任状番号】　9723341

【プルーフの要否】　要

【書類名】　明細書

【発明の名称】　石英ガラスの溶融シリコンに対する反応性および湯面振動の判定方法と湯面振動を抑制した石英ガラスルツボ。

【特許請求の範囲】

【請求項１】　真空炉内に設置した石英ガラス片上で少量のシリコンを溶融し、溶融したシリコンの振動周期によって石英ガラスの溶融シリコンに対する反応性を判定する方法。

【請求項２】　石英ガラスルツボから切り出した石英ガラス片を真空炉内に設置し、このガラス片上で少量のシリコンを溶融し、溶融シリコンの振動周期によって石英ガラスルツボのシリコン湯面振動を判定する方法。

【請求項３】　真空炉内をアルゴン圧５～１００torr、炉内温度１４５０～１６００℃として石英ガラス片上の少量のシリコンを溶融し、この溶融シリコンの振動周期を測定する請求項１または２の判定方法。

【請求項４】側壁内表面部が請求項３の判定方法において無振動または振動周期１/６秒以上の石英ガラスからなるシリコン単結晶引き上げ用石英ルツボ。

【請求項５】　請求項３の判定方法において、側壁内表面部が無振動または振動周期１/６秒以上の石英ガラスからなり、底部内表面が振動周期１/６秒以下の石英ガラスからなるシリコン単結晶引き上げ用石英ルツボ。。

【発明の詳細な説明】

【０００１】

【発明の属する技術分野】

本発明は、溶融シリコンに対する石英ガラスの反応性および石英ガラスルツボにおける溶融シリコンの湯面振動を簡単かつ確実に判定する方法に関し、さらにこの判定方法に基づいて溶融シリコンの湯面振動を抑制した石英ガラスルツボに関する。

【０００２】

【技術背景】

シリコンウエハーの原料となるシリコン単結晶は主にＣＺ法によって製造されている。この方法は石英ガラスルツボ内の溶融シリコンに種結晶を接触させてシ

リコン単結晶を成長させながら引き上げる方法であるため、溶融シリコンの湯面が揺れると単結晶化が阻害されて収率が大幅に低下する。このため、出来るだけ湯面振動を生じない石英ルツボが求められる。

【０００３】

【発明が解決しようとする課題】

溶融シリコンの湯面振動は溶融シリコンと石英ガラスとの反応に起因するが、石英ガラスルツボについてこの湯面振動の程度を予め評価することは従来なされておらず、実際に石英ルツボを単結晶引き上げに使用して評価するしか方法が無かった。しかも、湯面振動の原因となる石英ガラスと溶融シリコンの反応性は、石英の溶解速度、ルツボの気泡含有率、シリカガラスの各種不純物濃度、表面の凹凸などが複雑に関与しており、これらの要因がどの程度影響しているかは正確に把握されていない。このため湯面振動の無い石英ルツボを得るには数多くの引き上げテストを行う必要があり、しかも、このようなテストを繰り返しても湯面振動の無い石英ルツボを得るのは難しいのが現状である。

【０００４】

このような状況下において、湯面振動を評価をする手法として、シリカガラス上でシリコンを溶融し、その減量によって間接的に湯面振動の程度を予想する方法が提案されている（特開平２００２－１５４８９４）。しかし、この方法は誤差が大きく実際の引き上げ結果と一致した結果を得ることは難しい。先に指摘したように湯面振動には石英の溶解速度、ルツボ気泡含有率、各種不純物濃度、表面の凹凸などが複雑に関与しており、シリコンの溶融減量のみで湯面振動を評価するのは困難である。

【０００５】

本発明は、このような従来の問題を解決したものであり、石英ガラス上の溶融シリコンの振動周期に注目し、この振動周期が一定値以上であれば、シリコン湯面の振動を大幅に抑制できることを見出し、この知見に基づいたシリコン湯面の振動を簡単か確実に判定できる方法と、この判定方法に基づく石英ガラスルツボを提供するものである。

【０００６】

【課題を解決する手段】

すなわち、本発明によれば以下の構成からなる石英ガラスの反応性ないし湯面振動の判定方法と湯面振動を抑制した石英ガラスルツボが提供される。

（１）真空炉内に設置した石英ガラス片上で少量のシリコンを溶融し、溶融したシリコンの振動周期によって石英ガラスの溶融シリコンに対する反応性を判定する方法。

（２）石英ガラスルツボから切り出した石英ガラス片を真空炉内に設置し、このガラス片上で少量のシリコンを溶融し、溶融シリコンの振動周期によって石英ガラスルツボのシリコン湯面振動を判定する方法。

（３）真空炉内をアルゴン圧５～１００torr、炉内温度１４５０～１６００℃として石英ガラス片上の少量のシリコンを溶融し、この溶融シリコンの振動周期を測定する上記(1)または(2)の判定方法。

（４）側壁内表面部が上記(3)の判定方法において無振動または振動周期１／６秒以上の石英ガラスからなるシリコン単結晶引き上げ用石英ルツボ。

（５）上記(3)の判定方法において、側壁内表面部が無振動または振動周期１／６秒以上の石英ガラスからなり、底部内表面が振動周期１／６秒以下の石英ガラスからなるシリコン単結晶引き上げ用石英ルツボ。。

【０００７】

本発明の判定方法によれば、石英ガラス部材のシリコン融液に対する反応性を簡単かつ確実に判定することができる。従って、この判定方法を利用して石英ガラスルツボにおける溶融シリコンの湯面振動の程度を予測することができる。すなわち、上記判定方法によって溶融シリコンの振動周期を把握した石英ガラス片について、これと同種の石英ガラスからなる石英ガラスルツボのシリコン融液に対する湯面振動の程度を上記振動周期に基づいて予測することができる。さらに、上記振動周期を利用することによって予め湯面振動を抑制した石英ガラスルツボを製造することができる。具体的には、例えば、溶融シリコンの振動周期は石英ガラス表面の気泡量によっても影響を受け、概ね気泡量が少ないほうが振動の周期が短い。従って、測定された振動周期に基づき、これと同種の石英ガラスについて気泡含有量を制御することによって振動周期が比較的長く、従って湯面振

動の少ない石英ガラスルツボを製造することができる。

【０００８】

【具体的な説明】

以下、本発明を実施例に基づいて具体的に説明する。

本発明の判定方法は、真空炉内に設置した石英ガラス片上で少量のシリコンを溶融し、溶融したシリコンの振動周期によって石英ガラスとシリコンとの反応性を判定する方法であり、石英ガラスルツボについては、ルツボから切り出した石英ガラス片を真空炉内に設置し、このガラス片上で少量のシリコンを溶融し、溶融シリコンの振動周期によって石英ガラスルツボのシリコン湯面振動を判定する方法である。

【０００９】

上記判定方法の条件は、２～２０ｇの高純度シリコンを用い、真空炉内をアルゴン圧５～１００torr、炉内温度を１４５０～１６００℃とするのがよい。具体的には、例えば、シリコン量１０ｇ、炉内アルゴン圧２０torr、炉内温度１５６０℃の条件下で石英ガラス片上の溶融シリコンの振動を測定すると良い。

【００１０】

上記判定方法の実施装置の一例を図１～図２示す。図示するように、真空炉１０の内部に石英ガラス片１１を設置し、炉内雰囲気および温度を上記条件に設定し、このガラス片上に載せたシリコン塊１２を溶融し、溶融シリコン１２の側方に伸びた光学測定手段１３によって溶融シリコンの振動周期を測定する。

【００１１】

この溶融シリコンと石英ガラスとの反応性の程度に起因して溶融シリコンの振動周期が異なる。従って、この振動周期によって溶融シリコンに対する石英ガラスの反応性を判定することができる。

【００１２】

さらに、溶融シリコンの振動周期によって、石英ガラスルツボにおけるシリコン融液の湯面振動の程度を判定することができる。シリコン融液の湯面振動に対する影響は石英ルツボの各部分において一様ではなく、ルツボ側壁部の影響が大きい。従って、ルツボ側壁部の石英ガラスは出来るだけ上記湯面振動を生じない

ものが好ましい。

【００１３】

具体的には、シリコン単結晶引き上げ用石英ガラスルツボについて、石英ガラスルツボから切り出したガラス片を真空炉内に設置し、炉内をアルゴン圧５～１００torr、温度１４５０～１６００℃に加熱して石英ガラス片上の少量(２～２０ｇ)のシリコンを溶融し、好ましくは、シリコン量１０ｇ、炉内アルゴン圧２０torr、炉内温度１５６０℃の条件下で石英ガラス片上のシリコンを溶融した際に、この溶融シリコンが無振動、または周期１/６秒以上の長周期を示す石英ガラスによってルツボ側壁部が形成されている石英ガラスルツボが好ましい。ルツボ側壁部分を形成する石英ガラスの溶融シリコンに対する振動周期が１/６秒よりも短周期であるものは、シリコン単結晶引き上げの際にシリコン湯面の振動が大きく、単結晶の転位が発生し易くなる。一方、石英ガラス片上の溶融シリコンが無振動、または周期１/６秒以上の長周期を示す石英ガラスによってルツボ側壁部が形成されているものは、引き上げ時の湯面振動が発生しないか、または発生しても極めて微弱であり、シリコン単結晶の引き上げに影響を及ぼさない。

【００１４】

一方、ルツボの底部における溶融シリコンの振動は、ルツボ底部が湯面から離れていること、およびシリコン融液の液圧を受けているので振動自体が抑制されるなどの理由によって湯面振動に対してはあまり影響を与えない。しかし、シリコン単結晶の収率に対しては影響を及ぼす。すなわち、ルツボの底部は概ね溶融シリコンの振動周期が１/６秒以下の周期の短い石英ガラスによって形成されてるものが単結晶引き上げの収率が良い。

【００１５】

【実施例】

本発明の実施例を以下に示す。

【００１６】

〔実施例１〕

性状の異なる数種の石英ガラスルツボ（口径28ｲﾝﾁ、側壁11～13㎜）について本発明による湯面振動の評価を行った。始めにルツボ側壁部からガラス片（30㎜

×30㎜）を切り出し、このガラス片を図１に示す真空炉に設置し、このガラス片上に高純度シリコン１０ｇを載せ、炉内をアルゴン圧２０torr、温度１５６０℃に調整して石英ガラス片上のシリコンを溶融し、この溶融シリコンの振動周期を測定した。この測定結果と同種の石英ガラスルツボについてシリコン単結晶を実際の引き上げた結果（２個テスト）を表１に示した。表１の結果から明らかなように、ルツボ側壁部から切り出した石英ガラス片上の溶融シリコンの振動周期が無振動かあるいは１／６秒以上より長いもの（No.１～４）は、シリコン単結晶引き上げ時の湯面振動が発生せず、または生じても極めて微弱であるために問題にならず、引き上げたシリコン単結晶中に転位が発生しない。一方、石英ガラス片上の溶融シリコンの振動周期が１／６秒より短いもの（No.５～８）は、シリコン単線晶引き上げ時の湯面振動が大きく、引き上げたシリコン単結晶に転位が発生しており、シリコン単結晶の収率が低下した。

【００１７】

〔実施例２〕

性状の異なる数種の石英ガラスルツボ（口径28ｲﾝﾁ、底部12～15㎜）について本発明による湯面振動の評価を行った。始めにルツボ底部からガラス片（30㎜×30㎜）を切り出し、このガラス片を図1に示す真空炉に設置し、実施例１と同様の条件で石英ガラス片上のシリコンを溶融し、この溶融シリコンの振動周期を測定した。その測定結果と同種の石英ガラスルツボについてシリコン単結晶を実際の引き上げ結果（２個テスト）を表２に示した。表２の結果から明らかなように、ルツボ底部から切り出した石英ガラス片上の溶融シリコンの振動周期が1／6秒より短いものでも、シリコン単結晶引き上げ時の湯面振動は発生せず、または生じても極めて徹弱であるために問題にならず、シリコン単結晶中に転位は発生しなかった。しかし、単結晶収率については溶融シリコンの振動周期と関連性が見られ、振動周期が１／６秒より短いほう（No.１２～１６）が、単結晶収率が良かった。

【００１８】

【発明の効果】

本発明の判定方法によれば、石英ガラス片上の溶融シリコンの振動周期によっ

て石英ガラスルツボの湯面振動の程度を簡単かつ確実に判定することができる。従って、この判定方法を利用することによって、単結晶引き上げテストを行わずに石英ガラスルツボのシリコン融液に対する湯面振動の程度を予測することができる。

【００１９】

【表１】

No.	ﾙﾂﾎﾞ側壁部のガラス片上の溶融ｼﾘｺﾝ振動周期	引き上げ時の湯面振動	シリコン単結晶の転位発生	単結晶収率
1	１０秒以上	振動微弱(影響なし)	無	84
			無	83
2	１秒	振動微弱(影響なし)	無	81
			無	80
3	１／３秒	振動微弱(影響なし)	無	77
			無	77
4	１／６秒	振動微弱(影響なし)	無	71
			無	72
5	１／７秒	振動やや大(影響あり)	転位発生	49
			転位発生	51
6	１／８秒	振動やや大(影響あり)	転位発生	44
			転位発生	40
7	１／１０秒	振動やや大(影響あり)	転位発生	28
			転位発生	34
8	１／２０秒	振動大(影響大)	転位発生	14
			転位発生	10

【００２０】

【表２】

No.	ルツボ底部のガラス片上の溶融シリコン振動周期	引き上げ時の湯面振動	シリコン単結晶の転位発生	単結晶収率
9	１０秒以上	振動微弱(影響なし)	無	42
			無	44
10	１秒	振動微弱(影響なし)	無	46
			無	48
11	１／３秒	振動微弱(影響なし)	無	51
			無	51
12	１／６秒	振動微弱(影響なし)	無	65
			無	63
13	１／７秒	振動微弱(影響なし)	無	69
			無	72
14	１／８秒	振動微弱(影響なし)	無	75
			無	76
15	１／１０秒	振動微弱(影響なし)	無	83
			無	81
16	１／２０秒	振動微弱(影響なし)	無	85
			無	85

【図面の簡単な説明】

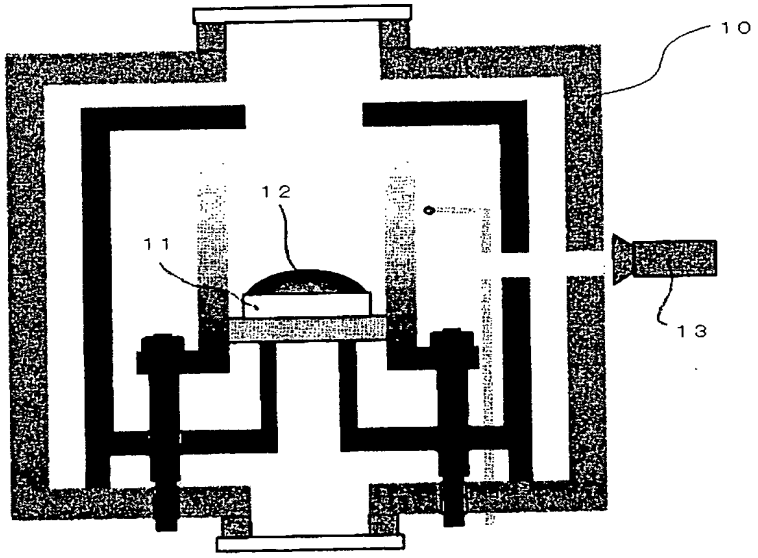
【図１】　本発明の判定方法について実施態様を示す模式図

【図２】　図１において、ガラス片上の溶融シリコンの測定状態を示す拡大図

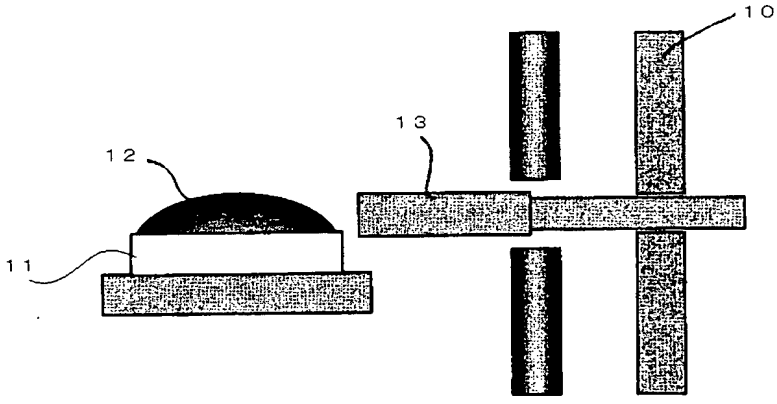
【符号の説明】　１０－真空炉、１１－石英ガラス片、１２－溶融シリコン、１３―光学測定手段

【書類名】　図面

【図１】



【図２】



【書類名】　要約書

【要約】

【課題】石英ガラスルツボの湯面振動の程度を簡単かつ確実に判定する方法、およびこの判定方法に基づいて湯面振動を抑制した石英ガラスルツボを提供する。

【解決手段】　石英ガラスルツボから切り出した石英ガラス片を真空炉内に設置し、このガラス片上で少量のシリコンを溶融し、溶融シリコンの振動周期を測定することによって石英ガラスルツボにおける溶融シリコンの湯面振動の程度を判定する方法を提供する。また、この判定方法に基づき、ルツボ側壁部の石英ガラスについて上記振動周期を１/６以上に制御することによって溶融シリコンの湯面振動を抑制した石英ガラスルツボを提供する。

【選択図】　なし

認定・付加情報

特許出願の番号	特願２００２－３０７２１４
受付番号	５０２０１５８９４４２
書類名	特許願
担当官	第五担当上席　　００９４
作成日	平成１４年１０月３０日

＜認定情報・付加情報＞

【特許出願人】

【識別番号】	592176044
【住所又は居所】	東京都千代田区丸の内１丁目５番１号
【氏名又は名称】	ジャパンスーパークォーツ株式会社

【代理人】　申請人

【識別番号】	100088719
【住所又は居所】	東京都中央区日本橋小舟町１５番１７号　日本橋協栄ビル７階　千葉国際特許事務所内
【氏名又は名称】	千葉　博史

次頁無

【書類名】　出願人名義変更届
【あて先】　特許庁長官殿
【事件の表示】
　【出願番号】　特願2002-307214
【承継人】
　【識別番号】　302006854
　【氏名又は名称】　三菱住友シリコン株式会社
　【代表者】　森　禮次郎
【手数料の表示】
　【予納台帳番号】　168115
　【納付金額】　4,200円

認定・付加情報

特許出願の番号	特願２００２－３０７２１４
受付番号	５０３０１５１７９８９
書類名	出願人名義変更届
担当官	鈴木　夏生　　６８９０
作成日	平成１５年１０月２９日

＜認定情報・付加情報＞

【提出日】	平成15年 9月12日
【承継人】	申請人
【識別番号】	302006854
【住所又は居所】	東京都港区芝浦一丁目２番１号
【氏名又は名称】	三菱住友シリコン株式会社

特願２００２－３０７２１４

出　願　人　履　歴　情　報

識別番号　　［５０２０６８２７４］

１．変更年月日　　２００２年　５月２２日
［変更理由］　　識別番号の二重登録による抹消
［統合先識別番号］５９２１７６０４４
住　所　　東京都千代田区丸の内１丁目５番１号
氏　名　　ジャパンスーパークォーツ株式会社

特願２００２－３０７２１４

出　願　人　履　歴　情　報

識別番号　　［５９２１７６０４４］

１．変更年月日　　２００２年　５月２２日
［変更理由］　　名称変更
住　所　　東京都千代田区丸の内１丁目５番１号
氏　名　　ジャパンスーパークォーツ株式会社

２．変更年月日　　２００２年　５月２２日
［変更理由］　　識別番号の二重登録による統合
［統合元識別番号］５０２０６８２７４
住　所　　東京都千代田区丸の内１丁目５番１号
氏　名　　ジャパンスーパークォーツ株式会社

特願２００２－３０７２１４

出　願　人　履　歴　情　報

識別番号　［３０２００６８５４］

１．変更年月日　２００２年　１月３１日
［変更理由］　新規登録
住　所　東京都港区芝浦一丁目２番１号
氏　名　三菱住友シリコン株式会社